

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

### [Claim(s)]

[Claim 1] Vapor growth equipment characterized by connecting the pressurized container which equipped said gas supply Rhine with a temperature sensor and two or more pressure switches in the vapor growth equipment which carried the massflow controller in gas supply Rhine.

[Claim 2] In the vapor growth equipment which carried the massflow controller and the pressurized container equipped with a temperature sensor and two or more pressure switches in gas supply Rhine (1) -- the process (2) which fills up said pressurized container with the gas or the nitrogen gas which said massflow controller specifies -- the process (3) which sets an instant flow rate as said massflow controller -- the gas with which said pressurized container was filled up the process (4) led to said massflow controller by actuation of a bulb etc., after the instant real flow rate of said massflow controller is stabilized The proofreading approach of the massflow controller in vapor growth equipment characterized by repeating the process which measures the amount of pressure variation, its duration, and gas temperature in a pressurized container once or more.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the proofreading approach of the massflow controller in the vapor growth equipment which carried the massflow controller especially as a quantity-of-gas-flow control means among the equipment which manufactures semi-conductor single crystals and various kinds of inorganic compounds including silicon, and said vapor growth equipment.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, many massflow controllers came to be carried in vapor growth equipment instead of the area flowmeter as the equipment which controls the flow rate of gas being in use. As a description of a massflow controller, since there is no operation part, it is mentioned that a flow rate value is easily [ from the outside which cannot be easily influenced / with little generating of particle / of pressure fluctuation ] changeable etc. From these descriptions, it is clean and came to be carried in

the vapor growth equipment represented by the semiconductor fabrication machines and equipment moreover automated by altitude. On the other hand, a close-up of the trouble which a massflow controller holds also came to be taken. That is, it is lock out of the gas passageway in electric malfunction or a massflow controller. Since these troubles originate in generating of the electric harsh environment of the source of high frequency and others of the massflow controller circumference, or the particle in a duct and an overrun and defective generating of a process are caused, solution of said trouble or development of a check means is demanded from the field of safety and economical efficiency.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] An example of the proofreading approach of the massflow controller by the Prior art to vapor growth equipment is shown in drawing 3. In this drawing, massflow controllers 41, 42, and 43 are installed, respectively on each ducts 11 and 12 which result in the reaction container which is not illustrated from the chemical cylinders 1, 2, 3, and 4 filled up with mono-silane gas ( $\text{SiH}_4$ ), disilane gas ( $\text{Si}_2\text{H}_6$ ), the hydrogen gas for carriers, and nitrogen gas, and 13. Usually, after a massflow controller proofreads, it is used. Moreover, it is necessary to perform recalibration or a check of operation periodically. The soap film flow meter has been used for proofreading of the massflow controller of a precision and a few flow rate from the former. A soap film flow meter is equipment which proofreads that volume from the distance in which the thin soap film is stretched and the soap film moves the gas of a constant rate into a sink and unit time amount from one side of this soap film into the glass tube by which measuring was carried out to the precision in the inside of a glass tube. As a massflow controller is usually removed from gas supply Rhine in the case of proofreading or it is shown in drawing 3, a part of duct 13 is cut off, the temporary piping 18 is used for the part, a soap film flow meter 61 is connected, and the massflow controller is proofread. . By such proofreading approach, there is a trouble of gas supply Rhine receiving the contamination from atmospheric air, or requiring time amount great to proofreading preparation, in the case of installation of temporary piping, and removal. Moreover, it is unsuitable for proofreading of a large flow rate massflow controller on the relation using the soap film, and there is troublesomeness of having to exchange a glass tube according to the flow rate range of a massflow controller.

[0004] On the other hand, the calibrator which carried the criteria massflow controller instead of the soap film flow meter is also used so that it can respond also to a large flow rate massflow controller. However, also when using this calibrator, there is a problem that must prepare a criteria massflow controller with a flow rate range near the massflow controller which it is going to proofread like the case of a soap film flow meter, or gas supply Rhine receives contamination from atmospheric air. There is equipment which can check the actuation carrying the massflow controller other than these in gas supply Rhine. If this equipment has the power source with which the massflow controller is usually equipped, a flow rate setter, a flow rate drop, etc., and does not tend to check the real flow rate value over the setting quantity of gas flow of the body of a massflow controller and it is

not necessary to prepare how many kind thing criteria massflow controller, it will not have fear of contamination, either. However, with such equipment, to the power source for massflow controllers carried on gas supply Rhine, a flow rate setter, and a flow rate drop, it becomes the outside of the object of a check of operation, for example, even if these devices break down according to an electric harsh environment, the detection cannot be performed. This invention was not made paying attention to the above-mentioned conventional trouble, and aims at offering the proofreading approach of the massflow controller in the vapor growth equipment and vapor growth equipment which can perform easily the check of operation and proofreading of a mass flow C-system, without polluting gas supply Rhine.

[0005]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, the vapor growth equipment concerning this invention In the vapor growth equipment which carried the massflow controller in gas supply Rhine Consider as the configuration which connects the pressurized container which equipped said gas supply Rhine with a temperature sensor and two or more pressure switches, and the proofreading approach of the massflow controller in such vapor growth equipment In the vapor growth equipment which carried the massflow controller and the pressurized container equipped with a temperature sensor and two or more pressure switches in gas supply Rhine (1) -- the process (2) which fills up said pressurized container with the gas or the nitrogen gas which said massflow controller specifies -- the process (3) which sets an instant flow rate as said massflow controller -- the gas with which said pressurized container was filled up the process (4) led to said massflow controller by actuation of a bulb etc. -- after the instant real flow rate of said massflow controller was stabilized, it decided to repeat the process which measures the amount of pressure variation, its duration, and gas temperature in a pressurized container once or more.

[0006]

[Function] Since according to the above-mentioned configuration the pressurized container which equipped gas supply Rhine of existing vapor growth equipment equipped with the massflow controller with a temperature sensor and two or more pressure switches was connected and it considered as the proofreading means of a massflow controller, it becomes unnecessary to cut off gas supply Rhine like before on the occasion of proofreading each time. Therefore, contamination of gas supply Rhine can be prevented completely. Since proofreading of a massflow controller considered as the approach of measuring the instant flow rate which led the gas or the nitrogen gas which the massflow controller with which said pressurized container was filled up specifies to said massflow controller by actuation of a bulb etc., and set it up according to the massflow controller, and an instant real flow rate, it is an easy procedure and can proofread automatically the mass flow C-system not only containing a massflow controller but an exclusive power source, an instant flow rate setter, an instant flow rate drop, etc.

[0007]

[Example] The example of the proofreading approach of the massflow controller in the

vapor growth equipment and vapor growth equipment which are applied to this invention below is explained with reference to a drawing. The configuration of vapor growth equipment consists of a gas transfer unit, a reaction container, and an exhauster simply. Although drawing 1 is the block diagram of a gas transfer unit among vapor growth equipment, it is equipped with an automatic valve 21, a massflow controller 41, and an automatic valve 25 on the duct 11 which results in the reaction container which is not illustrated from the chemical cylinder 1 filled up with mono-silane gas ( $\text{SiH}_4$ ), and is equipped with the automatic valve 22, the massflow controller 42, and the automatic valve 26 on the duct 12 which results in the reaction container which is not illustrated from the chemical cylinder 2 filled up with disilane gas ( $\text{Si}_2\text{H}_6$ ). Moreover, on the duct 13 from the chemical cylinder 3 filled up with the hydrogen gas as carrier gas to said reaction container, it is equipped with automatic valves 23, 27, and 28 and a massflow controller 43, respectively, and is equipped with the automatic valve 24 on the duct 14 connected to said duct 13 from the chemical cylinder 4 filled up with nitrogen gas. It is equipped with an automatic valve 29 on the duct 15 which connects said duct 12 and the part pinched by the automatic valves 23 and 27 of a duct 13, and is equipped with the automatic valve 30 on the duct 16 which connects a duct 11 and the part pinched by the automatic valves 23 and 27 of a duct 13.

[0008] A branched pipe 17 is connected to the part pinched by the automatic valves 23 and 27 arranged on said duct 13, and it is equipped with the automatic valve 31 on this branched pipe 17. The branched pipe 17 is connected to the pressurized container 51 of suitable content volume. This pressurized container 51 is equipped with a resistance bulb 52, and two or more pressure switches 53 and 54 and ... A pressure transducer may be used instead of a pressure switch. Control of this equipment equips the object for a flow rate setup of a massflow controller, and temperature data incorporation of gas with an analog I/O module using a sequencer. Closing motion of an automatic valve is performed by said sequencer. Except the time of the check of a massflow controller of operation, nitrogen gas is enclosed in the pressurized container. In this example, although one pressurized container was prepared in gas supply Rhine of vapor growth equipment, it is good also as a configuration which does not restrict to this and prepares the pressurized container of dedication according to each massflow controller, respectively.

[0009] Proofreading of a massflow controller is performed as follows. First, the nitrogen gas in piping from a pressurized container 51 and the pressurized container 51 to each massflow controllers 41, 42, and 43 is discharged after opening and closing a required automatic valve using the vacuum pump formed in the downstream of a reaction container, and it is made a vacuum. Next, the specification of the massflow controller which it is going to proofread, and gas of the same kind are introduced in a pressurized container 51, and are pressurized. After reaching a predetermined pressure, the monitor of the temperature data from a resistance bulb 52 is carried out, and it is left for a while until temperature becomes fixed. Then, in order to lead gas to a massflow controller, a required automatic valve is opened at the same time it sends a flow rate setting signal to a massflow controller

from a sequencer. The soft start of the massflow controller may be carried out at this time. The pressure in a pressurized container 51 declines gradually, and if the 1st pressure switch 53 is turned on, it is begun to count time amount with the timer built in the sequencer. The pressure in a pressurized container 51 declines further, and if the 2nd pressure switch 54 is turned on, the count by said timer will be stopped. An instant real flow rate is computed from the differential pressure in the pressurized container 51 produced in the meantime, the temperature of the duration and gas, and the content volume of a pressurized container 51, and it proofreads as compared with the instant flow rate set up beforehand.

[0010] When it needs to be rehabilitated about two or more flow rate values, the flow rate setting signal from a sequencer to a massflow controller is switched to arbitration, and the procedure mentioned above is repeated. Moreover, when doing a proofreading activity by uninhabited, nitrogen gas etc. may be substituted, without using the specification of the massflow controller which it is going to proofread, and gas of the same kind. However, it is necessary to consider the conversion factor ratio of said real gas and substitution gas in that case. Furthermore, to demand that what is necessary is to perform only the check of a massflow controller of operation, using nitrogen gas etc., as calibration gas, an above-mentioned procedure can be performed only once and the approach of comparing the duration with the conventional time can also be taken.

[0011] In the vapor phase epitaxial growth system which equipped gas supply Rhine with the above massflow controller proofreading means, the silicon wafer was set in the reaction container and this was heated with the infrared lamp. When wafer temperature reached 1010-degreeC, mono-silane gas and the hydrogen gas for carriers were introduced and epitaxial growth was performed, the specific resistance of an epitaxial film was 570 ohm·cm. Next, it proofread using the proofreading means according the massflow controller for the object for mono-silane gas, and hydrogen gas to this invention, without cutting gas supply Rhine. And after checking that each aforementioned massflow controller was normal, when membranes were formed on the completely same conditions as the above, the specific resistance of the obtained epitaxial film was 580 ohm·cm. Change of specific resistance is as the continuous line having shown to drawing 2.

[0012] In order to contrast with the above-mentioned result, in the vapor phase epitaxial growth system without the proofreading means by this invention, the silicon wafer was set in the reaction container and this was heated with the infrared lamp. When wafer temperature reached 1010-degreeC, mono-silane gas and the hydrogen gas for carriers were introduced and epitaxial growth was performed, the specific resistance of an epitaxial film was 600 ohm·cm. After the above-mentioned growth, from the reaction container, a part of Rhine of the downstream was cut off and proofreading of the massflow controller for the object for mono-silane gas and hydrogen gas was performed using the soap film flow meter. And after checking that each aforementioned massflow controller was normal, when membranes were formed on the completely same conditions as the above, the specific resistance of the obtained epitaxial film was 270 ohm·cm. As a result of repeating the

growth under the same conditions, the specific resistance of the obtained epitaxial film showed the recovery inclination gradually as the chain line showed it to drawing 2 , and returned to 6 batch eye mostly at the value of a basis.

[0013] Furthermore, in the vapor phase epitaxial growth system without the proofreading means by this invention, the silicon wafer was set in the reaction container and this was heated with the infrared lamp. When wafer temperature reached 1010-degreeC, mono-silane gas and the hydrogen gas for carriers were introduced and epitaxial growth was performed, the specific resistance of an epitaxial film was 600 ohm·cm. After the above-mentioned growth, from the reaction container, a part of Rhine of the upstream was cut off and proofreading of the massflow controller for the object for mono-silane gas and hydrogen gas was performed using the soap film flow meter. And after checking that each aforementioned massflow controller was normal, when membranes were formed on the completely same conditions as the above, the specific resistance of the obtained epitaxial film was 120 ohm·cm. When the growth under the same conditions was repeated, the recovery inclination was gradually shown as the dotted line showed the specific resistance of the obtained epitaxial film to drawing 2 , but when it went through 15 batches, it did not return to a peach. The above result shows that the quality of epitaxial growth is greatly influenced by whether gas supply Rhine is cut off on the occasion of proofreading of a massflow controller.

[0014] The platinum resistance 52 shown in drawing 1 , 5.0kg/cm<sup>2</sup>, 4.0kg/cm<sup>2</sup>, and 2.5kg/cm<sup>2</sup> In the vapor growth equipment which carried pressure switches 53 and 54 and the pressurized container 51 of 495.4ml of content volume equipped with ... in gas supply Rhine, the check of operation was performed about the massflow controller 41 for mono-silane gas for full-scale 500cc/carried as well as this vapor growth equipment. The nitrogen gas for the Rhine purge was used for the gas for a check. First, the inside of a pressurized container 51 was made into the vacuum using the vacuum pump attached to vapor growth equipment, and nitrogen gas was introduced after that. It is 5.0kg/cm<sup>2</sup> with a pressure switch. Although the automatic valve 31 was stopped when detected, finally the pressure in a pressurized container 51 is 5.2kg/cm<sup>2</sup> by the differential pressure dissolution in Rhine. It was stabilized after reaching. It was left for 10 minutes in this condition, and the temperature of gas was stabilized mostly. The gas temperature at this time was 26.5-degreeC. At this time, from the sequencer, impression and in order to carry out a soft start and to lead gas to a massflow controller 41 from a pressurized container 51, automatic valves 25, 30, and 31 were opened in the massflow controller 41 for the analog setting signal of 2.5V (the instant flow rate setting channel range of a massflow controller 41 is 0-5V / 0 - 100%). The flow rate of the gas which flows out of a massflow controller 41 was stabilized immediately, and the pressure in a pressurized container 51 also declined gradually. Then, a pressure switch 53 is 5.0kg/cm<sup>2</sup>. It detected and the timer was set to this and coincidence. After 65.1 seconds and the 2nd pressure switch 54 are 4.0kg/cm<sup>2</sup>. It detected.

[0015] Since it is  $P_0V_0/T_0 = P_1V_1/T_1$  when P and the volume are set to V and temperature

is set to T, the total amount of the nitrogen gas which flowed out of the pressurized container 41 during the count of a timer a pressure In 0-degreeC and one atmospheric pressure (specification of a massflow controller)  $V_0/273 = (5.0 \cdot 4.0) / 1.033 \times 495.4 / (273 + 26.5)$  It is Fr (N2) about the instant flow rate of  $V_0 = 437.1$  nitrogen gas. If it carries out Fr (N2)  $= V_0/t$  it is -- since -- Fr (N2)  $= 437.1 / 65.1 \times 60 = 402.9$  (a part for cc/)

furthermore -- if the conversion factor of mono-silane gas and nitrogen gas is taken into consideration -- Fr (SiH4)  $= \text{Fr (N2)} \times C(\text{SiH4}) / C(\text{N2})$  it is -- since -- Fr (SiH4)  $= 402.9 \times 0.63 / 1.01 = 251.3$  (a part for cc/)

Although this result receives a part (a part for  $= 500 \text{ cc} / x 2.5 \text{ V} / 5.0 \text{ V}$ ) for set-up instant flow rate value/of 250 cc and there is 0.5%, it can judge with actuation being normal. [ many ] [0016] Moreover, the platinum resistance 52 shown in drawing 1 , 5.0kg/cm2, and 4.0kg/cm2 And 2.5kg/cm2 In the vapor growth equipment which carried pressure switches 53 and 54 and the pressurized container 51 of 495.4ml of content volume equipped with ... in gas supply Rhine, the check of operation was performed about the massflow controller 41 for mono-silane gas for full-scale 500cc/carried as well as this vapor growth equipment. The nitrogen gas for the Rhine purge was used for the gas for a check. First, the inside of a pressurized container 51 was made into the vacuum using the vacuum pump attached to vapor growth equipment, and nitrogen gas was introduced after that. It is 5.0kg/cm2 with a pressure switch. Although the automatic valve 31 was stopped when detected, finally the pressure in a pressurized container 51 is 5.2kg/cm2 by the differential pressure dissolution in Rhine. It was stabilized after reaching. It was left for 10 minutes in this condition, and the temperature of gas was stabilized mostly. The gas temperature at this time was 26.5-degreeC. At this time, from the sequencer, impression and in order to carry out a soft start and to lead gas to a massflow controller 41 from a pressurized container 51, automatic valves 25, 30, and 31 were opened in the massflow controller 41 for the analog setting signal of 1.0V (the instant flow rate setting channel range of a massflow controller 41 is 0-5V / 0 - 100%). The flow rate of the gas which flows out of a massflow controller 41 was stabilized immediately, and the pressure in a pressurized container 51 also declined gradually. Then, a pressure switch 53 is 5.0kg/cm2. It detected and the timer was set to this and coincidence. After 161.1 seconds and the 2nd pressure switch 54 are 4.0kg/cm2. It detected.

[0017] Since it is  $P_0 V_0 / T_0 = P_1 V_1 / T_1$  when P and the volume are set to V and temperature is set to T, the total amount of the nitrogen gas which flowed out of the pressurized container 41 during the count of a timer a pressure In 0-degreeC and one atmospheric pressure (specification of a massflow controller)  $V_0/273 = (5.0 \cdot 4.0) / 1.033 \times 495.4 / (273 + 26.5)$  It is Fr (N2) about the instant flow rate of  $V_0 = 437.1$  nitrogen gas. If it carries out Fr (N2)  $= V_0/t$  it is -- since -- Fr (N2)  $= 437.1 / 161.1 \times 60 = 162.8$  (a part for cc/)

furthermore -- if the conversion factor of mono-silane gas and nitrogen gas is taken into consideration -- Fr (SiH4)  $= \text{Fr (N2)} \times C(\text{SiH4}) / C(\text{N2})$  it is -- since -- Fr (SiH4)  $= 162.8 \times 0.63 / 1.01 = 101.5$  (a part for cc/)

Like the following, the analog setting signal of V and 4.0V was impressed to the massflow

controller, and a part for part 401.5 cc/for 2.0302.2 cc/for V and 3.0 value/of 200.8 cc corresponding to each signal was obtained from the sequencer. [ part ] The calibration curve which expressed the setting instant flow rate / instant real flow rate based on these data was acquired.

[0018]

[Effect of the Invention] Since it considered as the vapor growth equipment which connected the pressurized container equipped with a temperature sensor and two or more pressure switches to gas supply Rhine according to this invention as explained above and it is not necessary to cut gas supply Rhine on the occasion of proofreading of a massflow controller, vapor growth equipment is not polluted. To the equipment which follows, for example, dislikes contamination especially like the vapor phase epitaxial growth system for semi-conductors, it can consider as vapor growth equipment equipped with the very suitable proofreading means. And by using this vapor growth equipment, a massflow controller, an exclusive power source, an instant flow rate setter, an instant flow rate indicator, etc. are total, and can check the mass flow C-system carried in Rhine. moreover, the control system very generally carried to vapor growth equipment -- using -- uninhabited -- and it is full automatic and proofreading and the check of operation of a massflow controller can be performed. Furthermore, in this invention, since a pressurized container, a temperature sensor, a pressure switch, etc. are comparatively cheap things and the device required for proofreading of a massflow controller is constituted, an initial cost is low and ends. Moreover, since proofreading of a massflow controller and the preparation for a check of operation are unnecessary entirely, the man day of proofreading / actuation check activity can be reduced.

---

## DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the block diagram of gas supply Rhine among the vapor growth equipment by this invention.

[Drawing 2] It is drawing having shown transition according to batch about the specific resistance of this invention and the epitaxial growth film after the massflow controller proofreading by the conventional approach.

[Drawing 3] It is the explanatory view showing the proofreading approach of the massflow controller by the Prior art.

[Description of Notations]

21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31 Automatic valve

41, 42, 43 Massflow controller

51 Pressurized Container

52 Temperature Sensor (Resistance Bulb)

53 54 Pressure switch



(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-41759

(43)公開日 平成6年(1994)2月15日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 16/52		7325-4K		
C 3 0 B 25/14		9040-4G		
G 0 5 D 7/06	Z	9324-3H		
// B 0 1 J 19/00	Z	9151-4G		

審査請求 未請求 請求項の数2(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-220859

(22)出願日 平成4年(1992)7月28日

(71)出願人 000184713

コマツ電子金属株式会社

神奈川県平塚市四之宮2612番地

(72)発明者 丸谷 新治

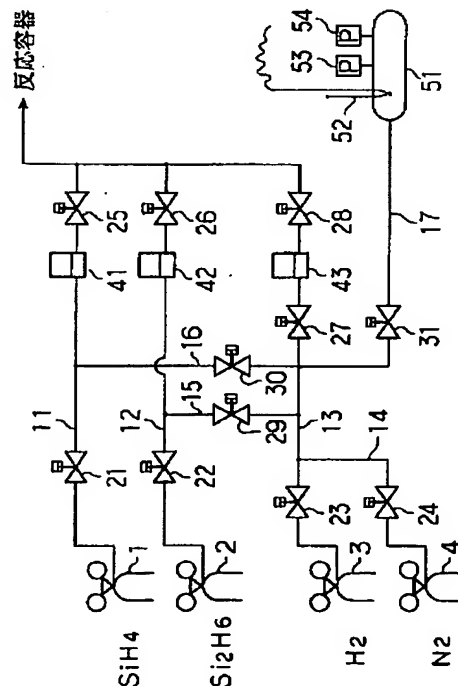
神奈川県平塚市四之宮2612 小松電子金属  
株式会社内

(54)【発明の名称】 気相成長装置および気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法

(57)【要約】

【目的】 気相成長装置のガス供給ラインに設けられているマスフローコントローラの校正を、エピタキシャルウェーハの品質に悪影響を及ぼすことなく実施できるようにする。

【構成】 ガス供給ラインに、温度センサ52および複数個の圧力スイッチ53、54、・・・を備えた圧力容器51を接続した気相成長装置とする。マスフローコントローラ41、42、43等の校正に当たり、各マスフローコントローラの指定するガスまたは窒素ガスを圧力容器51に充填し、各マスフローコントローラの瞬時流量を設定した上、自動弁21、22、・・・を操作して前記ガスをマスフローコントローラに導く。マスフローコントローラの瞬時実流量が安定した後、圧力容器51内の圧力変化量とその所要時間およびガス温度を計測する。そして、得られたデータに基づいてマスフローコントローラの良否を判定し、校正する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガス供給ラインにマスフローコントローラを搭載した気相成長装置において、前記ガス供給ラインに温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器を接続したことを特徴とする気相成長装置。

【請求項2】 マスフローコントローラと、温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器とをガス供給ラインに搭載した気相成長装置において、

(1) 前記マスフローコントローラの指定するガスまたは窒素ガスを前記圧力容器に充填する工程

(2) 前記マスフローコントローラに瞬時流量を設定する工程

(3) 前記圧力容器に充填したガスを、バルブ等の操作により前記マスフローコントローラに導く工程

(4) 前記マスフローコントローラの瞬時実流量が安定した後、圧力容器内の圧力変化量とその所要時間およびガス温度を計測する工程

を1回以上繰り返すことを特徴とする、気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、シリコンをはじめとする半導体単結晶や各種の無機化合物を製造する装置のうち、特にガス流量制御手段としてマスフローコントローラを搭載した気相成長装置および前記気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、マスフローコントローラはガスの流量を制御する装置の主流として、面積流量計に代わって気相成長装置に多数搭載されるようになった。マスフローコントローラの特徴として、稼動部分がないためパーティクルの発生が少なく、圧力変動の影響を受けにくい、外部から容易に流量値を変えられることができる等が挙げられる。これらの特徴から、クリーンで、しかも高度に自動化された半導体製造装置に代表される気相成長装置に搭載されるようになった。その反面、マスフローコントローラが抱える問題点もクローズアップされるようになった。すなわち、電気的な誤動作、あるいはマスフローコントローラ内におけるガス流路の閉塞である。これらのトラブルは、マスフローコントローラ周辺の高周波源その他の電気的悪環境や管路内でのパーティクルの発生に起因し、プロセスの暴走や不良品発生を引き起こすので、安全性、経済性の面から前記トラブルの解決あるいは確認手段の開発が要求されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】図3に、気相成長装置に対する従来の技術によるマスフローコントローラの校正方法の一例を示す。同図において、モノシランガス( $\text{SiH}_4$ )、ジシランガス( $\text{Si}_2\text{H}_6$ )、キャリア用水素ガスおよび窒素ガスを充填したガスボンベ1、

2, 3, 4から図示しない反応容器に至る各管路11, 12, 13上にマスフローコントローラ41, 42, 43がそれぞれ設置されている。通常、マスフローコントローラは校正を行ってから使用する。また、定期的に再校正あるいは動作確認を行う必要がある。精密かつ少流量のマスフローコントローラの校正には、従来から石鹸膜流量計が用いられてきた。石鹸膜流量計は、精密に検量されたガラス管内に薄い石鹸膜を張り、この石鹸膜の片側から一定量のガスを流し、単位時間内に石鹸膜がガラス管内を移動する距離からその容積を校正する装置である。校正の際には通常、マスフローコントローラをガス供給ラインから取り外すか、あるいは図3に示すように管路13の一部を断ち切り、その部分に仮設配管18を用いて石鹸膜流量計61を接続して、マスフローコントローラの校正を行っている。このような校正方法では、仮設配管の取り付け、取り外しの際にガス供給ラインが大気からの汚染を受けたり、校正準備に多大の時間を要するといった問題点がある。また石鹸膜を用いる関係上、大流量マスフローコントローラの校正には不向きであり、マスフローコントローラの流量レンジに合わせてガラス管を取り替えなければならない等の煩わしさがある。

【0004】一方、大流量マスフローコントローラにも対応できるように、石鹸膜流量計の代わりに基準マスフローコントローラを搭載した校正器も用いられている。しかしながら、この校正器を用いる場合も石鹸膜流量計の場合と同様に、校正しようとするマスフローコントローラに近い流量レンジを持った基準マスフローコントローラを準備しなければならなかったり、ガス供給ラインが大気からの汚染を受けたりするという問題がある。これらの他に、マスフローコントローラをガス供給ラインに搭載したまま、その動作を確認することができる装置がある。この装置は、マスフローコントローラが通常備えている電源、流量設定器、流量表示器等を有し、マスフローコントローラ本体の設定ガス流量に対する実流量値を確認しようとするもので、幾種類もの基準マスフローコントローラを準備する必要もなければ、汚染のおそれもない。しかし、このような装置ではガス供給ライン上に搭載されたマスフローコントローラ用の電源、流量設定器、流量表示器に対しては動作確認の対象外となり、たとえばこれらの機器が電気的悪環境によって故障してもその検出はできない。本発明は上記従来の問題点に着目してなされたもので、ガス供給ラインを汚染せずに、マスフローコントロールシステムの動作チェックおよび校正を容易に行うことができるような気相成長装置および気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法を提供することを目的としている。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明に係る気相成長装置は、ガス供給ラインにマ

スフローコントローラを搭載した気相成長装置において、前記ガス供給ラインに温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器を接続する構成とし、このような気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法は、マスフローコントローラと、温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器とをガス供給ラインに搭載した気相成長装置において、

(1) 前記マスフローコントローラの指定するガスまたは窒素ガスを前記圧力容器に充填する工程

(2) 前記マスフローコントローラに瞬時流量を設定する工程

(3) 前記圧力容器に充填したガスを、バルブ等の操作により前記マスフローコントローラに導く工程

(4) 前記マスフローコントローラの瞬時実流量が安定した後、圧力容器内の圧力変化量とその所要時間およびガス温度を計測する工程

を1回以上繰り返すことにした。

#### 【0006】

【作用】上記構成によれば、マスフローコントローラを備えた既存の気相成長装置のガス供給ラインに、温度センサおよび複数の圧力スイッチを備えた圧力容器を接続してマスフローコントローラの校正手段としたので、校正に際して従来のようにそのつどガス供給ラインを断ち切る必要がなくなる。従って、ガス供給ラインの汚染を完全に防止することができる。マスフローコントローラの校正は、前記圧力容器に充填したマスフローコントローラの指定するガスまたは窒素ガスを、バルブ等の操作により前記マスフローコントローラに導き、マスフローコントローラ別に設定した瞬時流量と瞬時実流量とを比較する方法としたので、マスフローコントローラのみならず、専用電源、瞬時流量設定器、瞬時流量表示器等を含むマスフローコントロールシステムを簡単な手順で、自動的に校正することができる。

#### 【0007】

【実施例】以下に本発明に係る気相成長装置および気相成長装置におけるマスフローコントローラの校正方法の実施例について、図面を参照して説明する。気相成長装置の構成は、簡単にはガス供給装置、反応容器および排気装置からなる。図1は、気相成長装置のうちガス供給装置の構成図であるが、モノシランガス( $\text{SiH}_4$ )を充填したガスボンベ1から図示しない反応容器に至る管路11上に自動弁21、マスフローコントローラ41および自動弁25が装着され、ジシランガス( $\text{SiH}_6$ )を充填したガスボンベ2から図示しない反応容器に至る管路12上に自動弁22、マスフローコントローラ42および自動弁26が装着されている。また、キャリアガスとしての水素ガスを充填したガスボンベ3から前記反応容器に至る管路13上には自動弁23、27、28およびマスフローコントローラ43がそれぞれ装着され、窒素ガスを充填したガスボンベ4から前記管

路13に接続される管路14上には自動弁24が装着されている。前記管路12と、管路13の自動弁23、27に挟まれる部分とを接続する管路15上には自動弁29が装着され、管路11と、管路13の自動弁23、27に挟まれる部分とを接続する管路16上には自動弁30が装着されている。

【0008】前記管路13上に配設された自動弁23と27とに挟まれる部分に分岐管路17が接続され、この分岐管路17上に自動弁31が装着されている。分岐管路17は、適当な内容積の圧力容器51に接続されている。この圧力容器51には、測温抵抗体52と、複数の圧力スイッチ53、54、・・・が装着されている。圧力スイッチの代わりに圧力トランスデューサを用いてもよい。この装置の制御は、たとえばシーケンサーを用い、マスフローコントローラの流量設定用およびガスの温度データ取り込み用にアナログ入出力モジュールを装備する。自動弁の開閉は前記シーケンサーで行う。マスフローコントローラの動作チェック時以外は、圧力容器内に窒素ガスを封入しておく。本実施例では、気相成長装置のガス供給ラインに1個の圧力容器を設けたが、これに限るものではなく、各マスフローコントローラ別にそれぞれ専用の圧力容器を設ける構成としてもよい。

【0009】マスフローコントローラの校正は次のように行う。まず、圧力容器51および圧力容器51から各マスフローコントローラ41、42、43までの配管内の窒素ガスを、必要な自動弁を開閉の上、反応容器の下流側に設けられた真空ポンプを用いて排出し、真空にする。次に、校正しようとするマスフローコントローラの仕様と同種のガスを圧力容器51内に導入し、加圧する。所定の圧力に達した後、測温抵抗体52からの温度データをモニタし、温度が一定になるまで暫く放置する。その後、シーケンサーからマスフローコントローラに流量設定信号を送ると同時に、マスフローコントローラにガスを導くため必要な自動弁を開放する。このとき、マスフローコントローラをソフトスタートさせてもよい。圧力容器51内の圧力が徐々に低下し、第1の圧力スイッチ53が入ったならシーケンサーに内蔵されたタイマで時間をカウントし始める。圧力容器51内の圧力が更に低下し、第2の圧力スイッチ54が入ったなら前記タイマによるカウントを停止する。この間に生じた圧力容器51内の圧力差とその所要時間、ガスの温度および圧力容器51の内容積とから瞬時実流量を算出し、あらかじめ設定した瞬時流量と比較して校正する。

【0010】複数の流量値について更正を行う必要がある場合には、シーケンサーからマスフローコントローラへの流量設定信号を任意に切り換え、上述した手順を繰り返す。また、校正作業を無人で行う場合は、校正しようとするマスフローコントローラの仕様と同種のガスをを用いずに、窒素ガス等で代用してもよい。ただし、その場合には前記実ガスと代用ガスとのコンバージョンファ

クタ比を加味する必要がある。更に、マスフローコントローラの動作確認のみを行えばよいという要求に対しては、校正用ガスとして窒素ガス等を用い、上述の手順を1回だけ行い、その所要時間を基準時間と比較するという方法をとることもできる。

【0011】ガス供給ラインに上記のようなマスフローコントローラ校正手段を備えた気相エピタキシャル成長装置において、反応容器内にシリコンウェーハをセットし、赤外線ランプでこれを加熱した。ウェーハ温度が1010°Cに達した時点で、モノシランガスとキャリア用水素ガスとを導入し、エピタキシャル成長を行ったところ、エピタキシャル膜の比抵抗は570Ω・cmであった。次に、モノシランガス用および水素ガス用のマスフローコントローラを、本発明による校正手段を用いて、ガス供給ラインを切断することなく校正した。そして、前記の各マスフローコントローラが正常であることを確認した上、前記と全く同一の条件で成膜を行ったところ、得られたエピタキシャル膜の比抵抗は580Ω・cmであった。比抵抗の変化は図2に実線で示した通りである。

【0012】上記の結果と対比するため、本発明による校正手段を持たない気相エピタキシャル成長装置において、反応容器内にシリコンウェーハをセットし、赤外線ランプでこれを加熱した。ウェーハ温度が1010°Cに達した時点で、モノシランガスとキャリア用水素ガスとを導入し、エピタキシャル成長を行ったところ、エピタキシャル膜の比抵抗は600Ω・cmであった。上記成長の後、反応容器より下流側のラインの一部を断ち切り、モノシランガス用および水素ガス用のマスフローコントローラの校正を、石鹼膜流量計を用いて行った。そして、前記の各マスフローコントローラが正常であることを確認した上、前記と全く同一の条件で成膜を行ったところ、得られたエピタキシャル膜の比抵抗は270Ω・cmであった。同一条件下での成長を繰り返した結果、得られたエピタキシャル膜の比抵抗は図2に鎖線で示した通り徐々に回復傾向を示し、6バッチ目にほぼもとの値に戻った。

【0013】更に、本発明による校正手段を持たない気相エピタキシャル成長装置において、反応容器内にシリコンウェーハをセットし、赤外線ランプでこれを加熱した。ウェーハ温度が1010°Cに達した時点で、モノシランガスとキャリア用水素ガスとを導入し、エピタキシャル成長を行ったところ、エピタキシャル膜の比抵抗は600Ω・cmであった。上記成長の後、反応容器より上流側のラインの一部を断ち切り、モノシランガス用および水素ガス用のマスフローコントローラの校正を、石鹼膜流量計を用いて行った。そして、前記の各マスフローコントローラが正常であることを確認した上、前記と全く同一の条件で成膜を行ったところ、得られたエピタキシャル膜の比抵抗は120Ω・cmであった。同一

条件下での成長を繰り返したところ、得られたエピタキシャル膜の比抵抗は図2に点線で示した通り徐々に回復傾向を示したが、15バッチを経過した時点でももとは戻らなかった。以上の結果から、マスフローコントローラの校正に際し、ガス供給ラインを断ち切るか否かでエピタキシャル成長の品質が大きく左右されることが分かる。

【0014】図1に示す白金測温抵抗体52と、5.0kg/cm<sup>2</sup>、4.0kg/cm<sup>2</sup>および2.5kg/cm<sup>2</sup>の圧力スイッチ53、54、・・・とを備えた内容積495.4mlの压力容器51をガス供給ラインに搭載した気相成長装置において、この気相成長装置に同じく搭載されているフルスケール500cc/分のモノシランガス用マスフローコントローラ41について、動作チェックを行った。チェック用ガスにはラインパージ用窒素ガスを利用した。はじめに、気相成長装置に付属している真空ポンプを用いて压力容器51内を真空にし、その後窒素ガスを導入した。圧力スイッチで5.0kg/cm<sup>2</sup>を検出した時点で自動弁31を閉止したが、ライン内の差圧解消により压力容器51内の圧力は最終的に5.2kg/cm<sup>2</sup>に達した後、安定した。この状態で10分間放置し、ガスの温度をほぼ安定させた。このときのガス温度は26.5°Cであった。この時点でシーケンサーから2.5V（マスフローコントローラ41の瞬時流量設定入力レンジは0~5V/0~100%）のアナログ設定信号をマスフローコントローラ41に印加、ソフトスタートさせ、压力容器51からマスフローコントローラ41にガスを導くため、自動弁25、30、31を開けた。マスフローコントローラ41から流出するガスの流量はすぐに安定し、また压力容器51内の圧力も徐々に低下していった。その後、圧力スイッチ53は5.0kg/cm<sup>2</sup>を検出し、これと同時にタイマがセットされた。65.1秒後、第2の圧力スイッチ54は4.0kg/cm<sup>2</sup>を検出した。

【0015】圧力をP、体積をV、温度をTとすると、 $P_0 V_0 / T_0 = P_1 V_1 / T_1$ であるから、タイマのカウント中に压力容器41から流出した窒素ガスの総量は、0°C、1気圧（マスフローコントローラの仕様）においては、

$$V_0 / 273 = (5.0 - 4.0) / 1.033 \times 495.4 / (273 + 26.5) \quad V_0 = 437.1$$

窒素ガスの瞬時流量をFr(N<sub>2</sub>)とすると、Fr(N<sub>2</sub>) = V<sub>0</sub>/t であるから、

$$Fr(N_2) = 437.1 / 65.1 \times 60 = 402.9 \text{ (cc/分)}$$

更に、モノシランガスと窒素ガスのコンバージョンファクタを考慮すると、Fr(SiH<sub>4</sub>) = Fr(N<sub>2</sub>) × C(SiH<sub>4</sub>)/C(N<sub>2</sub>) であるから、

$$Fr(SiH_4) = 402.9 \times 0.63 / 1.01 = 251.3 \text{ (cc/分)}$$

この結果は、設定した瞬時流量値250cc/分(=500cc/分×2.5V/5.0V)に対して0.5%多いが、動作は正常であると判定することができる。

【0016】また、図1に示す白金測温抵抗体52と、5.0kg/cm<sup>2</sup>、4.0kg/cm<sup>2</sup>および2.5kg/cm<sup>2</sup>の圧力スイッチ53、54、・・・とを備えた内容積495.4mlの圧力容器51をガス供給ラインに搭載した気相成長装置において、この気相成長装置に同じく搭載されているフルスケール500cc/分のモノシランガス用マスフローコントローラ41について、動作チェックを行った。チェック用ガスにはラインパージ用窒素ガスを利用した。はじめに、気相成長装置に付属している真空ポンプを用いて圧力容器51内を真空にし、その後窒素ガスを導入した。圧力スイッチで5.0kg/cm<sup>2</sup>を検出した時点で自動弁31を閉止したが、ライン内の差圧解消により圧力容器51内の圧力は最終的に5.2kg/cm<sup>2</sup>に達した後、安定した。この状態で10分間放置し、ガスの温度をほぼ安定させた。このときのガス温度は26.5°Cであった。この時点でシーケンサから1.0V(マスフローコントローラ41の瞬時流量設定入力レンジは0~5V/0~100%)のアナログ設定信号をマスフローコントローラ41に印加、ソフトスタートさせ、圧力容器51からマスフローコントローラ41にガスを導くため、自動弁25、30、31を開けた。マスフローコントローラ41から流出するガスの流量はすぐに安定し、また圧力容器51内の圧力も徐々に低下していった。その後、圧力スイッチ53は5.0kg/cm<sup>2</sup>を検出し、これと同時にタイマがセットされた。161.1秒後、第2の圧力スイッチ54は4.0kg/cm<sup>2</sup>を検出した。

【0017】圧力をP、体積をV、温度をTとすると、 $P_0 V_0 / T_0 = P_1 V_1 / T_1$ であるから、タイマのカウント中に圧力容器41から流出した窒素ガスの総量は、0°C、1気圧(マスフローコントローラの仕様)においては、 $V_0 / 273 = (5.0 - 4.0) / 1.033 \times 495.4 / (273 + 26.5)$   $V_0 = 437.1$ 窒素ガスの瞬時流量をFr(N<sub>2</sub>)とすると、Fr(N<sub>2</sub>) = V<sub>0</sub>/t であるから、

$$Fr(N_2) = 437.1 / 161.1 \times 60 = 162.8 \text{ (cc/分)}$$

更に、モノシランガスと窒素ガスのコンバージョンファクタを考慮すると、Fr(SiH<sub>4</sub>) = Fr(N<sub>2</sub>) × C(SiH<sub>4</sub>)/C(N<sub>2</sub>) であるから、

$$Fr(SiH_4) = 162.8 \times 0.63 / 1.01$$

$$= 101.5 \text{ (cc/分)}$$

以下同様にシーケンサから2.0V、3.0V、4.0Vのアナログ設定信号をマスフローコントローラに印加し、それぞれの信号に対応する値200.8cc/分、302.2cc/分、401.5cc/分を得た。これらのデータに基づいて設定瞬時流量/瞬時実流量を表した校正曲線を得た。

【0018】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、温度センサと複数の圧力スイッチとを備えた圧力容器をガス供給ラインに接続した気相成長装置としたので、マスフローコントローラの校正に際してガス供給ラインを切断する必要がないため、気相成長装置を汚染することがない。従って、たとえば半導体用の気相エピタキシャル成長装置のように特に汚染を嫌う装置に対しては、極めて好適な校正手段を備えた気相成長装置とすることができる。そして、この気相成長装置を用いることにより、マスフローコントローラと専用電源、瞬時流量設定器および瞬時流量表示器等、ラインに搭載されたマスフローコントロールシステムをトータルでチェックすることができる。また、気相成長装置にごく一般的に搭載されている制御系を用いて、無人かつ全自動でマスフローコントローラの校正や動作チェックを行うことができる。更に、本発明においては、マスフローコントローラの校正に必要な機器が、圧力容器、温度センサ、圧力スイッチ等比較的安価なもので構成されているので、インシヤルコストが低くてすむ。また、マスフローコントローラの校正や動作チェックのための準備が一切不要であるから、校正・動作チェック作業の工数を低減させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による気相成長装置のうちガス供給ラインの構成図である。

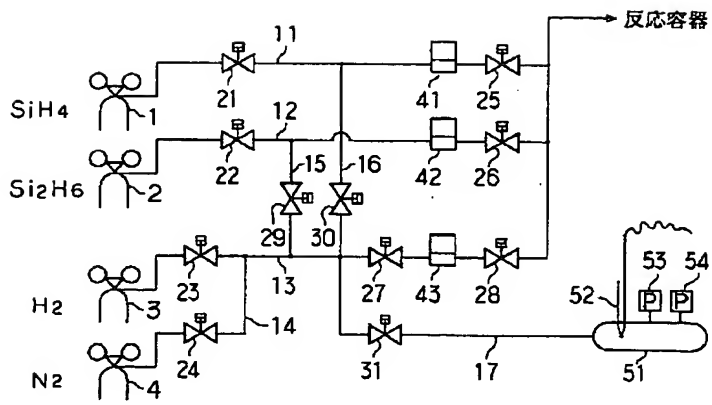
【図2】本発明および従来の方法によるマスフローコントローラ校正後のエピタキシャル成長膜の比抵抗について、バッチ別推移を示した図である。

【図3】従来の技術によるマスフローコントローラの校正方法を示す説明図である。

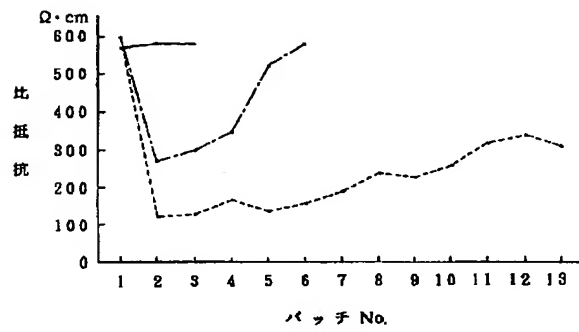
【符号の説明】

21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31 自動弁  
41, 42, 43 マスフローコントローラ  
51 圧力容器  
52 温度センサ(測温抵抗体)  
53, 54 圧力スイッチ

【図1】



【図2】



【図3】

